## BUNDE REPUBLIK DEUTS ILAND

PCT/EP 0 3 / 0 6 9 4 0







# Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen:

102 29 451.8

**Anmeldetag:** 

01. Juli 2002

Anmelder/Inhaber:

Reemtsma Cigarettenfabriken GmbH,

Hamburg/DE

Bezeichnung:

Verfahren zur Verbesserung der Füllfähigkeit

von Tabak

IPC:

A 24 B 3/18

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 08.Mai 2003

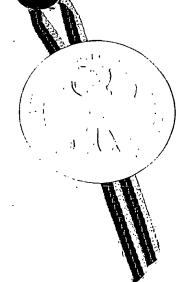
Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident

Im Auftrag

Džierzon

BEST AVAILABLE COPY



### Verfahren zur Verbesserung der Füllfähigkeit von Tabak

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Verbesserung der Füllfähigkeit von gepresstem Tabak, wie geschnittenen

5 Tabakblättern oder -rippen bzw. Tabakzusatzstoffen, durch Behandlung des Tabakmaterials mit einem aus Stickstoff und/oder Argon bestehenden Behandlungsgas bei Drücken von 400 bis 1.000 bar gefolgt von einer kontinuierlichen Dekompression und anschließender thermischer Nachbehandlung des ausgetragenen Tabakmaterials.

Derartige Verfahren, die auch als INCOM-Blähverfahren bekannt sind, haben sich gegenüber der Druckbehandlung von Tabak mit Kohlendioxid, Ammoniak oder flüchtigen organischen Gasen als vorteilhaft erwiesen. So beschreibt die DE 29 03 300 C2 ein derartiges Blähverfahren mit Arbeitsdrücken zwischen 300 und 800 bar. Die Beispiele zeigen einen großen Einfluss des Enddruckes auf die Füllfähigkeitsverbesserung, aber nur einen unwesentlichen Einfluss der Einwirkzeit im Bereich zwischen 1 und 10 Minuten. Die Schrift enthält keinen Hinweis auf eine mögliche Pressung oder Verdichtung des Tabaks.

DE 31 19 330 C2 offenbart die thermische Behandlung des mit Gas unter Druck behandelten Tabaks durch Wasserdampf bzw. Sattdampf und verweist bezüglich der Hochdruckbehandlung auf das bereits zitierte Patent DE 29 03 300 C2.

Ferner beschreibt die DE 34 14 625 C2 ein Kaskadenverfahren, wonach durch verschiedenartigste Maßnahmen wie Kühlung des Behandlungsgases vor der Beaufschlagung des Reaktors, Kühlung des Autoklaven oder Einsatz eines unterkühlten und verflüssigten Behandlungsgases gewährleistet sein soll, dass die Temperatur des ausgetragenen Tabaks vor der Wärmebehandlung unter 0 °C liegt. Die Bespiele beruhen auf

30

einer Füllung des 200-1-Autoklaven mit 30 kg Tabak, was einer Fülldichte von  $0.15 \text{ kg/dm}^3$  entspricht.

Das Patent DE 39 35 774 C2 beschreibt die Kühlung des verdichteten Behandlungsgases im Autoklaven über einen externen Wärmeaustauscher, wobei mehrere Autoklaven zu einem sogenannten Train zusammengeschaltet wurden. Das Verfahren stellt letztlich eine besondere Form der Kühlung von Gas und Behandlungsgut dar.

10

15

20

DE 100 06 425 C1 beschreibt die Behandlung eines Tabaks mit relativ geringer Feuchte bis etwa 16% bei einer Arbeitstemperatur größer 55 °C. Aus dem genutzten Autoklavenvolumen von 2 dm³ und einer Tabakeinwaage von 300 g errechnet sich eine Fülldichte der Tabakschüttung von 0,15 kg/dm³, was der bereits zitierten DE 34 14 625 C2 entspricht.

DE 100 06 424 Al offenbart die Dekompression mit mindestens einer Haltestufe und eine Erwärmung des unter Restdruck stehenden Systems um Tabakaustragstemperaturen von 10 bis 80 °C zu erzielen.



Die im Stand der Technik beschriebenen Fülldichten von ca. 0,15 kg/dm³ ergeben sich, wenn der Tabak ohne einen weiteren Pressvorgang in den Druckbehälter eingefüllt wird. Eine Erhöhung der Fülldichte brachte bei den bekannten Verfahren mit schnellem Druckaufbau hingegen geringere Füllfähigkeiten des expandierten Tabakmaterials.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, die bekannten Verfahren dahingehend zu weiter zu entwickeln, dass sie bei vergleichbar hoher Füllfähigkeit wirtschaftlicher als bisher sind.

Überraschenderweise zeigt sich nämlich, dass entgegen der Lehre aus der DE 29 03 300 C2 im Bereich hoher Fülldichten die Einwirkzeit des komprimierten Gases einen erheblichen Einfluss auf die resultierende Füllfähigkeit des expandierten Tabakmaterials ausübt.

5

10

15

20

30

Der zitierte Stand der Technik beschreibt zwar, wie das grundlegende Verfahren weiter im Hinblick auf eine möglichst hohe Füllfähigkeit des expandierten Tabakmaterials optimiert werden kann. Neben dem Füllfähigkeitsgewinn ist aber auch die Tabakfüllmenge bei gegebenem Autoklavenvolumen ein wichtiger Faktor für die Wirtschaftlichkeit des INCOM-Verfahrens. Eine Erhöhung der Füllmenge ermöglicht nicht nur eine höhere Durchsatzleistung sondern führt außerdem zu einer Absenkung des spezifischen Verbrauchs an Behandlungsgas und Verdichter-Energie für eine zu expandierende Tabakmenge.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird im folgenden anhand von Beipielen näher erläutert.

Hierzu wird zunächst der Begriff "Druckzeit" definiert als die Summe aus Druckaufbauzeit bis zum erstmaligen Erreichen des Enddruckes und der optionalen Haltezeit nach Erreichen des Enddruckes bis zum Einleiten des Dekompressionsvorgangs.

Eine erfindungsgemäße, ausreichend lange Druckzeit kann durch folgende Varianten der Prozessführung erzielt werden:

- i. Langsamer Druckaufbau bis zur direkt nachfolgenden Dekompression
- ii. Schneller Druckaufbau mit anschließender Haltezeit, d.h. Stehenlassen des Behälters unter Druck ohne Zufuhr oder Abfuhr von Behandlungsgas

- iii. Schneller Druckaufbau mit anschließender Haltezeit, vor Beginn der Dekompression erfolgt ein Nachspeisen von Behandlungsgas, um erneut den Enddruck zu erreichen.
- Da während der Haltezeit aufgrund der Abkühlung der Druck im Behälter absinkt, ermöglicht eine Prozessführung nach Variante iii., vor der Dekompression erneut den Enddruck einzustellen. Überraschenderweise führt dieses Vorgehen gegenüber Variante ii. zu einer weiteren, allerdings geringen Füllfähigkeitssteigerung.
- Die folgenden Beispiele 1 und 2 beschreiben zunächst den Einfluss verschiedener Druckzeiten und Prozessvarianten bei einer Fülldichte des Tabaks im Druckbehälter von 0,15 kg/dm³ gemäß Stand der Technik:

#### Beispiel 1

20

30

35

Die Hochdruckbehandlung wurde in einem Laborautoklaven mit einem genutzten Inhalt von 2 dm³ durchgeführt. Eine Ummantelung zur Zirkulation flüssiger Medien diente zur Einstellung der gewünschten Arbeitstemperaturen. Der Druckaufbau erfolgte von unten, der Druckabbau nach oben. Mehrere Ventile ermöglichten die beabsichtigten Schaltungsschemata. Ein Kompressor diente zur Einstellung des Enddruckes.

Die Laborvorrichtung zur thermischen Nachbehandlung bestand aus einem als Transportband dienenden durchlässigen Drahtgewebe, Leitblechen zur Ausbildung des Tabakvlieses in der gewünschten Breite, einer Dampfdüse mit schlitzartiger Austrittsöffnung und einer unter dem Band angeordneten Dampfabsaugvorrichtung. Die Nachbehandlung mit Sattdampf erfolgte bei einer Bandgeschwindigkeit von 5 cm/s und einer Dampfleistung von 10 kg/h.

Die Tabakproben wurden in flachen Plastikschalen ausgebreitet und im Normklima bei 21 °C und 62% relativer Feuchte konditioniert. Die Füllfähigkeiten wurden mit Hilfe eines Borgwaldt-Densimeters bestimmt, und das spezifische Volumen in cm³/g auf eine Sollfeuchte von 12 Gew.-% und eine Solltemperatur von 22 °C umgerechnet. Aus den Daten des unbehandelten Vergleichs bzw. Basis und den expandierten Mustern errechnet sich die auch als Blähgrad bezeichnete relative Füllfähigkeitsverbesserung nach der folgenden Formel, in welcher  $F_B$  die Füllfähigkeit der Basis und  $F_E$  die Füllfähigkeit des expandierten Tabaks bedeuten:

 $\Delta$ % = (F<sub>E</sub>-F<sub>B</sub>) \* 100%/ F<sub>B</sub>

15

20

10

5

Die Versuche wurden mit einer Tabakfeuchte von 18 Gew.-% und Tabakeinwaagen von 300g durchgeführt. Die Arbeitstemperatur wurden durch Thermostatisierung auf 40°C eingestellt. Der Enddruck betrug 700 bar, die Dekompression erfolgte in etwa 0,5 min. Alle Versuche basierten auf einer einheitlichen Mischung aus Virginiatabaken und der beschriebenen Nachbehandlungsmethode mit Sattdampf. Variiert wurden die Druckaufbauzeit, die Haltezeit nach Erreichen des Enddruckes sowie die Option des Nachspeisens am Ende der Haltezeit. Die Tabelle 1 enthält die Zusammenstellung der Versuchsparameter und die erzielten relativen Füllfähigkeitsverbesserungen bzw. Blähgrade.

Tabelle 1: Relative Füllfähigkeitsverbesserung (Fülldichte 0,15 kg/l, Arbeitstemperatur 40°C, Tabakfeuchte 18%)

Prozessvariante	i.	i.	i.	ii.	ii.	iii.	iii.
Druckaufbauzeit (min)	3	6	12	3	3	3	3
Haltezeit (min)	0	0	0	5	10	5	10
Druckzeit (min)	3	6	12	8	13	8	13
Füllfahigkeitsgewinn ∆%	67	68	72	68	68	70	71

#### Beispiel 2

5

10

.)

Die Versuche wurden analog Beispiel 1 durchgeführt, jedoch mit einer Tabakfeuchte von 12% und einer Arbeitstemperatur von 60°C. Tabelle 2 enthält die Versuchsparameter sowie die erzielten relativen Füllfähigkeitsverbesserungen bzw. Blähgrade.

Tabelle 2: Relative Füllfähigkeitsverbesserung (Fülldichte 0,15 kg/dm³, Arbeitstemperatur 60°C, Tabakfeuchte 12%)

Prozessvariante	i.	i.	ii.	iii.
Druckaufbauzeit (min)	3	30	3	3
Haltezeit (min)	0	0	5	5
Druckzeit (min)	3	30	8	8
Füllfahigkeitsgewinn ∆%	77	79	75	76

Die Ergebnisse aus Beispiel 1 und 2 machen deutlich, dass im 20 Bereich konventioneller Stopfdichten die Druckzeit lediglich einen geringen Einfluss auf den Füllfähigkeitsgewinn ausübt. Die folgenden Beispiel 3 und 4 zeigen den Einfluss verschiedener Druckzeiten und Prozessvarianten bei einer erfindungsgemäßen Fülldichte des Tabaks im Druckbehälter von über 0,2 kg/dm³:

#### Beispiel 3

5

10

Die Versuche wurden analog Beispiel 1 durchgeführt, jedoch mit einer Tabakeinwaage von 500g. Der Tabak wurde während der Befüllung des Druckbehälters durch manuelles Pressen verdichtet. Tabelle 3 enthält die Zusammenstellung der Versuchsparameter und die erzielten relativen Füllfähigkeitsverbesserungen bzw. Blähgrade.

Tabelle 3: Relative Füllfähigkeitsverbesserung (Fülldichte 0,25 kg/dm³, Arbeitstemperatur 40°C, Tabakfeuchte 18%)

Prozessvariante	i.	i.	i.	ii.	ii.	iii.	iii.
Druckaufbauzeit (min)	3	12	20	3	3	3	3
Haltezeit (min)	0	0	0	5	10	5	10
Druckzeit (min)	3	12	20	8	13	8	13
Füllfahigkeitsgewinn ∆%	55	65	71	67	68	69	69

#### 20 Beispiel 4

25

Die Versuche wurden analog Beispiel 2 durchgeführt, jedoch mit einer Tabakeinwaage von 450g. Der Tabak wurde vor Befüllung des Druckbehälters mit Hilfe eines Mikrowellenofens auf ca. 50°C erwärmt und beim Einfüllen durch manuelles Pressen verdichtet. Tabelle 4 enthält die Zusammenstellung der Versuchsparameter und die erzielten relativen Füllfähigkeitsverbesserungen bzw. Blähgrade.

Tabelle 4: Relative Füllfähigkeitsverbesserung (Fülldichte 0,225 kg/dm³, Arbeitstemperatur 60°C, Tabakfeuchte 12%)

Prozessvariante	i.	i.	ii.	iii.
Druckaufbauzeit (min)	3	20	3	3
Haltezeit (min)	0	0	10	5
Druckzeit (min)	3	20	13	8
Füllfahigkeitsgewinn ∆%	65	76	73	74

5

Die Beispiel 3 und 4 verdeutlichen den Einfluss der Druckzeit auf den Füllfähigkeitsgewinn bei erfindungsgemäßen

Fülldichten von über 0,2 kg/dm³. Ein guter Expansionseffekt kann unter diesen Bedingungen nur erzielt werden, wenn die Druckzeit einen Wert von ca. 300 s übersteigt. Weiterhin wird deutlich, dass bei vergleichbaren Druckzeiten die Prozessvariante iii. die besten Ergebnisse liefert.

#### Ansprüche:

7

- 1. Verfahren zur Verbesserung der Füllfähigkeit von Tabak,
  wie geschnittenen Tabakblättern oder -rippen bzw.
  Tabakzusatzstoffen, durch Behandlung des 10-30 %
  Ausgangsfeuchte aufweisenden Tabakmaterials mit einem aus
  Stickstoff und/oder Argon bestehenden Behandlungsgas bei
  Drücken von 400 bis 1.000 bar gefolgt von einer
  kontinuierlichen Dekompression und anschließende
  thermische Nachbehandlung des ausgetragenen
  Tabakmaterials, dadurch gekennzeichnet, dass die
  Fülldichte der Tabakschüttung im Autoklaven mehr als 0,2
  kg/dm³ beträgt.
  - 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass Druckzeit, also die Zeit zwischen Beginn des Druckaufbaus und Dekompression mindestens 300 s beträgt.
- 20 3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Tabak vor, während oder nach Befüllung des Druckbehälters mechanisch verdichtet wird.
  - 4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Tabak vor oder bei der Verdichtung erwärmt wird.
  - 5. Verfahren nach Anspruch 1-4, dadurch gekennzeichnet, dass die Druckzeit von mindestens 300 s nach schnellem Druckaufbau durch Stehenlassen des Behälters unter Druck erreicht wird.
  - 6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass nach dem Stehenlassen des Behälters vor der Dekompression eine erneute Drucknachspeisung erfolgt.

30

15

#### Zusammenfassung:

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Verbesserung der Füllfähigkeit von Tabak, wie geschnittenen Tabakblättern oder -rippen bzw. Tabakzusatzstoffen, durch Behandlung des 10-30 % Ausgangsfeuchte aufweisenden Tabakmaterials mit einem aus Stickstoff und/oder Argon bestehenden Behandlungsgas bei Drücken von 400 bis 1.000 bar gefolgt von einer kontinuierlichen Dekompression und anschließende thermische Nachbehandlung des ausgetragenen Tabakmaterials. Die Fülldichte der Tabakschüttung im Autoklaven beträgt dabei mehr als 0,2 kg/dm³.